

特許庁
特許公報

特許出願公告
昭38-8117

16 B 93
(16 O 93)
(30 F 371)
(30 F 91)
(30 F 922)
(16 H 3)

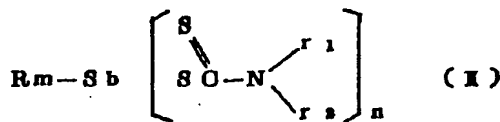
公告 昭 38.6.5 出願 昭 34.7.23 特願 昭 34 - 23555
発 明 者 長 沢 正 雄 清水市入江 2565
同 前 田 泰 三 清水市洪川 100
出 願 人 イハラ農薬株式会社 同 所

(全3頁)

ジチオカルバミルスチピン系化合物の製造法

発明の詳細なる説明

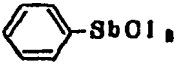
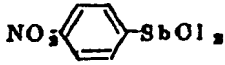
本発明は一般式 (I) R_m-Sb-X_n (式中Xはハロゲン、Rはアルキル、アルキル置換-ジチオカルバミル、アリル、アリルオキシの基である。但し、アリル核の4位にクロール、ニトロ基の置換基を有してもよい。又エチレンジスルファイド基と環状構造を取つてもよい。m、nは1、2の整数であり $m+n=3$ である) で表わされるハロゲン化スチピン誘導体とジチオカルバミン酸金属塩とを反応させて一般式 (II)



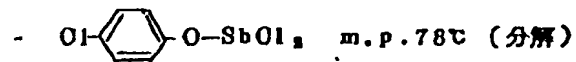
(式中 r_1, r_2 は水素又はアルキル基、但し r_1, r_2 がともに水素である場合を除く。Rは前述の(I)に同一、mは1、2なる整数で $m+n=3$ である) で表わされるジチオカルバミルスチピン系誘導体の製造法に関するものである。

標記化合物は殺虫、殺菌作用その他興味ある生物効果を示すものである。

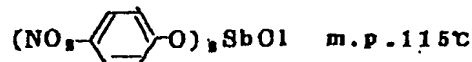
本発明に用いられる一般式 (I) のハロゲン化スチピン誘導体を例示すると

- 1 メチルジクロルスチピン OH_3SbOCl_2
b.p 115~120°C/60mm
- 2 ジメチルクロルスチピン $(OH_2)_2SbOCl$
b.p 155~160°C/750mm
- 3 ジエチルヨードスチピン $(C_2H_5)_2SbI$
m.p 81°C
- 4 フェニールジクロルスチピン 
m.p 62°C
- 5 4-ニトロフェニルジクロルスチピン 
m.p 73°C
- 6 ビス-(4-クロルフェノキシ)クロルスチピン
 $(Cl-C_6H_4-O)_2Sb-OCl$ m.p. 82°C (分解)

7 4-クロルフェノキシジクロルスチピン



8 ビス-(4-ニトロフェノキシ)クロルスチピン



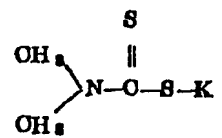
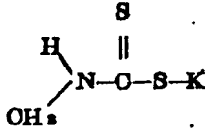
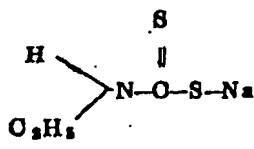
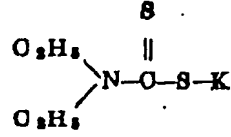
9 クロルスチピンエチレンジスルファイド



10 ビス(メチルジチオカルバミル)クロルスチピン



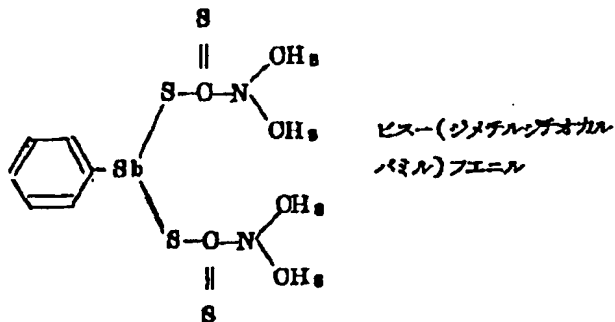
又、ジチオカルバミン酸金属塩として既知の化合物を例示すれば

- (1) カリウムジメチルジチオカルバミート 
- (2) カリウムモノメチルジチオカルバミート 
- (3) ソジウムモノエチルジチオカルバミート 
- (4) カリウムジエチルジチオカルバミート 

結晶を濾取水洗後乾燥して目的物 1.2.3 g を得る。

融点 82~83℃ 微黄色結晶である。

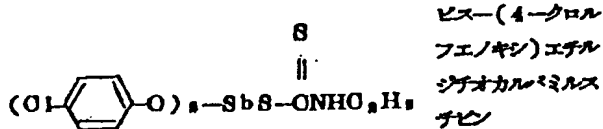
実施例 5



フェニルジクロルスチピン 1.3.9 g をアセトンに加熱溶解攪拌しながらソジウムジメチルジチオカーバメート 1.4.3 g のアセトン懸濁液を滴下していく、滴下後還流させながら 6 時間攪拌を続ける。

反応終了後析出せる結晶を濾取、水洗乾燥して目的物 1.9.8 g を得る。融点 160~162℃ 橙色の結晶である。

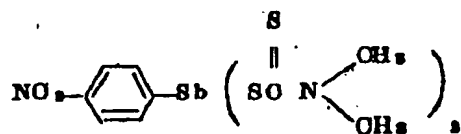
実施例 6



ビス(4-クロルフエノキシ)クロルスチピン 2.1.1 g をベンゼン 10.0℃ に懸濁せる液にソジウムエチルジチオカルバメート 7.2 g をベンゼンに懸濁せる液を滴下する。滴下後 10 時間還流しながら攪拌をする。析出物を濾取し水洗乾燥して目的物 2.0 g を得る。

融点 183~4℃ 淡黄色の結晶で一般有機溶剤に難溶又は不溶である。

実施例 7



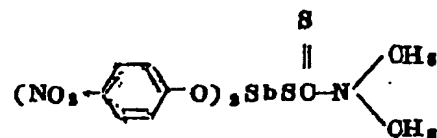
4-ニトロフェニルジクロルスチピン 3.1.4 g をクロ

ロホルム 30.0℃ に溶解した溶液にソジウムジメチルジチオカーバメート 2.8.6 g を徐々に加えて反応させる。

加入後加熱還流させながら 3 時間攪拌を続ける。反応終了後剛正したソジウムクロライドを濾別し、濾液を濃縮して目的物 4.1 g を得る。

アセトンから再結すると融点 183~185℃ 橙色の結晶を得る。

実施例 8



ビス-(4-ニトロフェノキシ)-クロルスチピン 2.1.6 g をエチルエーテル 30.0℃ に溶解した溶液にソジウムジメチルジチオカーバメート 7.2 g を加入して加熱攪拌を 4 時間続ける。

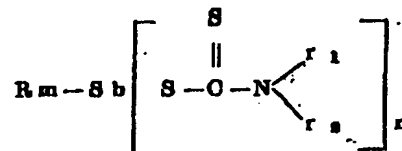
反応終了後、剛正したソジウムクロライドを濾別し、濾液を濃縮して析出する結晶を水洗後乾燥すると目的物 1.8 g を得る。

融点 294~6℃、白色光沢ある結晶で一般有機溶剤に可溶である。

特許請求の範囲

一般式 R_m-Sb-X_n (式中 X はハロゲン、R はアルキル、アルキル置換ジチオカルバミル、アリル、アリルオキシの基である。但し、アリル核の 4 位にクロール、ニトロ基の置換基を有してもかまわない。又、エチレンジスルフィド基と環状構造を取つてもよい。m, n は 1, 2 の整数であり、 $m+n=3$ である) で表されるハロゲン化スチピン誘導体とジチオカルバミン酸金属塩とを反応させて

一般式



(式中、 r_1, r_2 は水素又はアルキル基、但し r_1, r_2 がともに水素であることを除く。R は前述の意味を有する。m, n は 1, 2 なる整数で $m+n=3$ である) で表される新規ジチオカルバミルスチピン誘導体の製造法。